

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2003-347120

(P2003-347120A)

(43) 公開日 平成15年12月5日 (2003.12.5)

(51) IntCl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テ-マ-ト* (参考)
H 0 1 F 10/16		H 0 1 F 10/16	4 K 0 2 3
C 2 5 D 3/56		C 2 5 D 3/56	B 4 K 0 2 4
7/00		7/00	K 5 E 0 4 9

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願2002-153252(P2002-153252)

(22) 出願日 平成14年5月28日 (2002.5.28)

特許法第30条第1項適用申請有り 平成14年3月4日  
 社団法人表面技術協会発行の「第105回講演大会 講演  
 要旨集」に発表

(71) 出願人 390001421

学校法人早稲田大学

東京都新宿区戸塚町1丁目104番地

(71) 出願人 000005108

株式会社日立製作所

東京都千代田区神田駿河台四丁目6番地

(72) 発明者 逢坂 哲彌

東京都新宿区大久保3丁目4番1号 学校

法人早稲田大学理工学部内

(74) 代理人 100075096

弁理士 作田 康夫

最終頁に続く

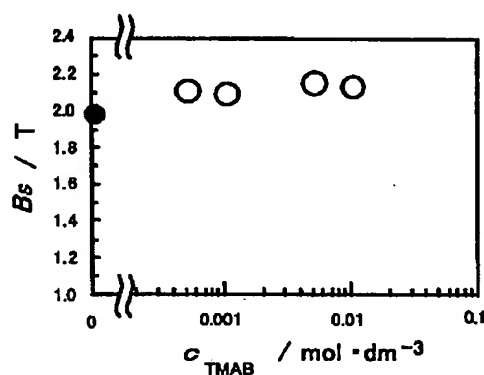
(54) 【発明の名称】 磁性膜及びその作成方法

(57) 【要約】

【課題】 電気めっき法により作成するCoFe磁性膜  
 について高飽和磁束密度の実現と保磁力の低減を図る。

【解決手段】 CoとFeを主成分とした磁性膜を電気  
 めっき法によって形成する場合に、めっき液中にホウ素  
 系還元剤であるトリメチルアミンボランまたはジメチル  
 アミンボランを含有させて、めっき液のpHを酸性の範  
 囲に制御することで、めっき膜の高飽和磁束密度を実現  
 する。また、めっき膜の結晶粒径を微細化することで、  
 保磁力を小さくする。

【図1】



トリメチルアミンボラン濃度  $c_{TMAB}$  とめっき膜の飽和磁束密度  $B_s$  の関係  
 (電流密度  $20 \text{ A/cm}^2$ ,  $\text{pH} = 5.0$ )

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 CoとFeを主成分とした磁性膜を電気めっき法によって形成する磁性膜の作成方法において、少なくともめっき液中にホウ素系還元剤を含有し、めっき液を酸性にすることを特徴とする磁性膜の作成方法。

【請求項2】 前記めっき液中に含有するホウ素系還元剤としてトリメチルアミンボランまたはジメチルアミンボランを用いることを特徴とする請求項1記載の磁性膜の作成方法。

【請求項3】 電気めっき法によって形成されたCoとFeを主成分とする磁性膜であって、主成分のCoとFe以外にBを含有することを特徴とする磁性膜。

【請求項4】 主成分のCoとFeの濃度が、 $30\text{at}\% \leq \text{Fe} \leq 95\text{at}\%$ 、 $5\text{at}\% \leq \text{Co} \leq 70\text{at}\%$ の範囲であり、且つ、Bの濃度が、 $0.1\text{at}\% \leq \text{B} \leq 5\text{at}\%$ の範囲であることを特徴とする請求項3記載の磁性膜。

【請求項5】 飽和磁束密度Bsが2.0T以上であることを特徴とする請求項3または請求項4記載の磁性膜。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は磁性膜の作成方法に係り、特に、電気めっき法によりCoとFeを主成分とした磁性膜を作成する方法に関する。また、前記の方法で作成したCoとFeを主成分とした磁性膜に関する。

【0002】

【従来の技術】従来より、薄膜磁気ヘッドの磁気コアに用いられる磁性膜は、Ni、Fe、Coなどの磁性金属元素を主成分とする合金、あるいは、これらの磁性金属元素を主成分とする合金に微量の他の元素を添加した合金により作成されている。

【0003】近年の磁気記録の高密度記録を実現するために、従来より使用されてきたNiFeを主成分とする合金、あるいはCoNiFeを主成分とする合金に対して、さらに飽和磁束密度の高いCoFeを主成分とする合金を形成する方法が検討されている。

【0004】飽和磁束密度に関しては、R. M. Bozorth著 Ferromagnetism (D. Van Nostrand Co Inc., N. Y., 1951) に詳細に示されている。CoとFeの合金については飽和磁束密度が高いことが示されており、その飽和磁束密度が2.2T以上の組成範囲としては、 $30\text{at}\% \leq \text{Fe} \leq 95\text{at}\%$ 、 $5\text{at}\% \leq \text{Co} \leq 70\text{at}\%$ が示されている。また、その中で、Feが約65at%でCoが約35at%の合金組成の場合、もっとも飽和磁束密度が高くなり、約2.4Tを示すこと

が示されている。

【0005】CoとFeの合金薄膜を薄膜磁気ヘッドに応用する研究については、たとえば、IEEE, Trans. Magn. 第23巻2981ページから(1987年)の論文に示されている。この論文では、電気めっき法によって形成されたCoFe膜の飽和磁束密度がほぼ1.9Tという値を示すことが述べられている。

【0006】また、特開平4-196402号にはCo、Fe及びBを含有した磁性薄膜について述べられているが、その形成方法として無電解めっき法を採用することが述べられている。このめっき浴中には、無電解めっき反応を起こすために使用する還元剤として、ジメチルアミンボランを含有していることが示されており、そのめっき浴のpHは7~10というアルカリ性にするのが望ましいことが示されている。また、この無電解めっき浴中で無電解めっきと電気めっきを併用することによって厚いめっき膜を形成できることが記載されている。しかしながら、めっき液として無電解めっき浴を使用しているため、無電解めっき反応が進行することによってめっき膜厚は変化するという問題がある。無電解めっき反応でのめっき膜厚は、めっき液組成、めっき液温及びめっき時間などの条件によって変化されるため、めっき膜厚の制御にはこのような因子を制御する必要がある。したがって無電解めっき反応と電気めっきを併用する場合には、めっき膜の厚さの制御としては、めっきする際に通電する電気量によってめっき膜の厚さを精密に制御する電気めっき法による精密な膜厚制御技術だけではなく、無電解めっき反応についての前述の因子を精密に制御する必要があり、制御技術が複雑であるという問題点がある。

【0007】また、特開平6-96949には、CoFe合金めっき膜の形成方法として、電気めっき法において、めっき液中の2価鉄イオンが酸化されるのを防止したり、あるいは、酸化された3価鉄イオンを2価に還元するために、アスコルビン酸、次亜リン酸、ジメチルアミンボラン、チオ尿素、あるいはそれらの塩、誘導体などの還元剤を添加する方法が一般に知られていることについて記載されているが、その詳細については記載されていない。

【0008】そこで、我々は最初に電気めっき法を用いたCoFe膜を形成する方法について検討した。めっき膜組成をFeが約65at%でCoが約35at%の合金組成を目標として、実験を進めた。めっき液の組成の一例を表1.めっき液組成に示す。

【0009】

【表1】

表1. めっき液組成

試薬	濃度
$\text{H}_3\text{BO}_3$	0.4 $\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$
$\text{NH}_4\text{Cl}$	0.4 $\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$
$\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	0.05 $\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$
$\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	0.05 $\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$
$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{10}\text{CH}_2\text{OSO}_3\text{Na}$	0.01 $\text{g} \cdot \text{dm}^{-3}$

【0010】めっき液中には金属イオンを供給する塩について、硫酸コバルト( $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ )、硫酸鉄(II)( $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ )を用い、ホウ酸( $\text{H}_3\text{BO}_3$ )及び塩化アンモニウム( $\text{NH}_4\text{Cl}$ )を加え、添加剤としてラウリル硫酸ナトリウム( $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{10}\text{CH}_2\text{OSO}_3\text{Na}$ )を加えている。今回の検討では金属イオンを供給する塩として上記のように金属硫酸塩を採用したが、一般的にはそのほか塩化物、スルファミン酸塩、酢酸塩、硝酸塩などの水溶性の塩を使用することができる。

【0011】めっき方法としては、回転ディスク電極を用い、基板は銅箔をそのまま、または、ガラス基板上にNiFe膜をスパッタリング法で形成したものを使用した。基板の回転数は1000rpmとし、めっき液の温度は室温とした。作成しためっき膜の組成は蛍光X線分析装置またはICP発光分析装置を用いて測定した。まためっき膜の磁気特性は振動試料型磁力計を用いて測定した。

【0012】めっき液中の金属イオンの濃度は、目的とするめっき膜の組成や要求されるめっき速度によって決定される。めっき膜組成を上記のようにFeが約65at%でCoが約35at%とした場合、めっき液中のCoとFeのイオン濃度は、1:1とすることで目的のめっき膜組成が得られた。また、CoとFeのイオン濃度を1:1としたまま、各々のイオン濃度を0.01 $\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ から0.2 $\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ まで変えてめっきしたが、めっき膜組成はほぼ一定であり、Feが約65at%のめっき膜が得られた。また、前述の表1に示された溶液中でめっきした場合、得られたCoFeめっき膜の飽和磁束密度は2.0T程度であった。この値は、バルク合金についての飽和磁束密度に関して、R. M. Bozorth著 Ferromagnetism (D. Van Nostrand Co Inc., N. Y., 1951)に示されている飽和磁束密度2.4Tに比べて非常に小さいものしか得ることができなかった。このときのめっき膜の保磁力は30~400eと大きいこともわかった。

【0013】さらに、0.5ミクロン程度の厚さのめ

き膜を形成しようとしても、作成しためっき膜が基板から剥がれてしまう現象を生じる場合があった。この現象はめっき膜の応力が大きいためと考えられる。

【0014】また、IEEE. Trans. Magn. 36巻3479ページから(2000年)の論文にも、同様にCoFe膜を電気めっき法で作成した例が示されているが、この場合にも飽和磁束密度は2T程度とバルク合金で示されている値に比べて小さいことが報告されている。

【0015】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、電気めっき法によってCoとFeを主成分とする磁性膜を安定に作成する方法を提供することにある。また、高飽和磁束密度、低保磁力の磁性膜を提供することにある。

【0016】

【課題を解決するための手段】本発明においては、電気めっき法を採用して安定にCoとFeを主成分とする高飽和磁束密度のめっき膜を形成するためには、めっき膜のFeとCoの組成は30at% $\leq$ Fe $\leq$ 95at%, 5at% $\leq$ Co $\leq$ 70at%の範囲にすることが望ましいことが、前述のR. M. Bozorth著 Ferromagnetism (D. Van Nostrand Co Inc., N. Y., 1951)からも明らかである。さらに本発明では、このめっき液中にホウ素系還元剤を含有する事によって磁気特性が良いめっき膜を形成できることを実験的に明らかにした。このとき使用するホウ素系還元剤としては、トリメチルアミンボラン(trimethylamine-borane: TMABとも省略して記す場合がある)あるいはジメチルアミンボラン(dimethylamine-borane: DMABとも省略して記す場合がある)が適当であることを実験的に明らかにした。また、このとき添加する還元剤のトリメチルアミンボランあるいはジメチルアミンボランを採用することによって、CoとFeを主成分とするめっき膜中に少量のBが含有されることによって結晶粒径を微細化でき、CoとFeを主成分とするめっき膜の保磁力を小さくできることを実験的に明らかにしたものである。

【0017】

【発明の実施の形態】以下、具体的な実験結果のデータをもとにして説明をする。

【0018】本発明のCoとFeを主成分とする磁性薄\*

\*膜の形成方法として、電気めっき法を採用した。使用しためっき液を表2。めっき液組成に示す。

【0019】

【表2】

表2. めっき液組成

試薬	濃度
H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>	0.4 mol・dm <sup>-3</sup>
NH <sub>4</sub> Cl	0.4 mol・dm <sup>-3</sup>
CoSO <sub>4</sub> ・7H <sub>2</sub> O	0.05 mol・dm <sup>-3</sup>
FeSO <sub>4</sub> ・7H <sub>2</sub> O	0.05 mol・dm <sup>-3</sup>
CH <sub>3</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>10</sub> CH <sub>2</sub> OSO <sub>3</sub> Na	0.01 g・dm <sup>-3</sup>
トリメチルアミンボラン または ジメチルアミンボラン	0.0005~0.01 mol・dm <sup>-3</sup>

【0020】このめっき液は、従来例で説明した表1。めっき液組成に示しためっき液中に、ホウ素系還元剤のトリメチルアミンボランあるいはジメチルアミンボランを添加したものを使用した。

実施例1：最初にホウ素系還元剤として、トリメチルアミンボランを還元剤として添加した場合について以下に示す。

【0021】図1は、めっき液中のトリメチルアミンボランの量を変化させて作成した場合のめっき膜の飽和磁束密度を測定した結果を示す。トリメチルアミンボランを添加しない場合の飽和磁束密度は図中黒丸で示すように、2.0 Tであった。これに対してめっき液中に0.0005 mol・dm<sup>-3</sup> から0.01 mol・dm<sup>-3</sup> の範囲でトリメチルアミンボランを添加することによって、めっきされたCoFe磁性膜の飽和磁束密度は2.15~2.25 Tと高くなっていることがわかる。

【0022】図2はこのときのめっき膜の保磁力を示す。還元剤のトリメチルアミンボランを添加しない場合には図中黒丸に示すように、保磁力は350 eと大きい。これに対して、めっき液中に0.0005 mol・dm<sup>-3</sup> から0.01 mol・dm<sup>-3</sup> の範囲でトリメチルアミンボランを添加することによって、図中白丸に示すように100 eから150 eと小さくなった。

【0023】図3はこのときのめっき膜の組成をFe濃度で示したものである。この図から判るように、めっき液中のトリメチルアミンボランの濃度が変化しても、めっき膜組成はほぼFeの濃度が60%の一定値を示す事がわかった。

【0024】次に、めっき液のpHを2から5の範囲で変えた場合について検討した。

【0025】図4にトリメチルアミンボランを0.0005 mol・dm<sup>-3</sup> 添加した場合に、めっき液のpHを変えて作成した磁性膜の飽和磁束密度Bsの値を示す。また、図5には、そのめっき膜の保磁力Hcの値を示す。

【0026】pHが2.8から5.0の範囲で、飽和磁束密度Bsはほぼ一定の2.1 T~2.25 Tを示した。トリメチルアミンボランを添加しない場合には2.0 T程度の値しか得られなかったで、これに対して大きい値を示すことがわかった。また、同じようにpHが2.8から5.0の範囲で、めっき膜の保磁力も100 eから150 eの値を示した。トリメチルアミンボランを添加しない場合には30~40 e程度の値しか得られなかったで、これに対して小さい値を示すことがわかった。また、めっきの電流効率はpH2.8以下では急激に低下するが、pH2.8以上では70%以上となり、pHが高くなるほどめっき効率が良くなることがわかった。さらにpHが2以下になると、めっき効率は非常に小さくなり、ほとんどめっき膜が析出しないことがわかった。

【0027】但し、めっき液のpHが4を超えると、めっき中にめっき液の色が変化して白濁してくる現象が見られた。これは、めっき液中のアノード反応が影響していると考えられ、pH4以上ではこの反応を防止するなど、めっき液の変色や白濁現象を防止することも必要であるものと考えられる。

【0028】また、このようにめっき液を酸性にした場合には、めっき液に基板を浸していただいだけでは、めっき膜の成長は見られていない。すなわち、無電解めっき液に用いられる強い還元剤であるトリメチルアミンボラン

を使用している、めっき液が酸性の場合では、無電解めっき反応は進行していないことがわかった。したがって、酸性のめっき液中では、電気めっきによってのみめっき膜が成長するので、めっき膜厚は通電した電気量によって精密に制御することができることが明らかである。

【0029】また、従来例で示したようにトリメチルアミンボランを添加しない場合には、0.5ミクロンの厚さをめっきしようとしてもめっき膜が基板から剥離する場合があった。これは、めっき膜の応力が高いためである。これに対して、トリメチルアミンボランを添加することによって0.5ミクロン以上のめっき膜でも剥離することがなくなり、また形成されためっきの表面が光沢を保つことができることがわかった。このように、厚いめっき膜を形成でき、まためっき膜表面の光沢を保つことができるのは、薄膜磁気ヘッドを製造する場合について工業的に有用な効果がある。

【0030】また、めっき膜中にはCoとFeの金属膜だけでなく、少量のBが析出している。本実施例の場合には、分析の結果、約1at%のBがCoFe膜中に共析していることがわかった。このようにめっき膜中に共析するBの濃度は0.1at%から5at%程度の範囲であり、好ましくは0.1at%から2at%程度である。

【0031】以上示したように、めっき液中にトリメチルアミンボランを添加することによって、めっき膜組成はほとんど変化していないが、飽和磁束密度Bsが大きくなり、また、保磁力Hcが小さくなることがわかった。保磁力が小さくなった理由としては、めっき液中に添加したホウ素系還元剤のトリメチルアミンボランからめっき膜中に少量のBが析出し、めっき膜の結晶粒が微細化したものと考えられる。

【0032】このように、ホウ素系還元剤としてトリメチルアミンボランをめっき液中に添加することによって、電気めっき法によって高飽和磁束密度且つ低保磁力のCoFeめっき磁性膜を形成することができることがわかった。

【0033】実施例2：他の実施例として、ホウ素系還元剤としてジメチルアミンボランを添加した場合について以下に示す。

【0034】図6は、ジメチルアミンボランの添加量を変化させた場合のめっき膜の飽和磁束密度Bsを測定した結果を示す。図中の黒丸で示すようにジメチルアミンボランを添加しない場合のCoFe膜の飽和磁束密度Bsは2.0Tであったのに対して、0.0005mol・dm<sup>-3</sup>から0.01mol・dm<sup>-3</sup>の範囲でジメチルアミンボランを添加することによって、めっきされたCoFe磁性膜の飽和磁束密度Bsは2.15~2.25Tとジメチルアミンボランを添加しない場合に比べて高くなっていることがわかった。

【0035】このときのめっき磁性膜の保磁力は図7に示すように、100eから150eとなり、図中の黒丸で示すジメチルアミンボランを添加しない場合の350eに対して小さくなった。

【0036】このときのめっき膜組成は、図8に示すように、めっき膜中のFeの濃度はほぼ60%の一定値を示している。

【0037】また、ジメチルアミンボランの濃度を0.005mol・dm<sup>-3</sup>として、めっき液のpHを酸性の範囲で変えた場合について、得られためっき磁性膜の飽和磁束密度Bsの値を図9に、また保磁力Hcの値を図10に示す。

【0038】pHが2.8から5.0の範囲で、めっき磁性膜の飽和磁束密度Bsは2.0T~2.2Tを示すことがわかった。ジメチルアミンボランを添加しない場合には2.0T程度の値しか得られなかったもので、これに対して大きい値を示すことがわかった。また、保磁力Hcも100eから150eの値を示した。ジメチルアミンボランを添加しない場合には30~400e程度の値しか得られなかったもので、これに対して小さい値を示すことがわかった。

【0039】めっきの電流効率は、めっき液のpHが2.8以下では急激に低下し、pH2以下ではめっき膜が成長しない事が判った。pH2.8以上では70%以上となり、pHが高くなるほどめっき効率が良くなることがわかった。

【0040】但し、トリメチルアミンボランの場合と同様に、めっき液のpHが4を超えると、めっき中にめっき液の色が変化して白濁してくる現象が見られた。これは、めっき液中のアノード反応が影響していると考えられ、pH4以上ではこの反応を防止するなど、めっき液の変色や白濁現象を防止することも必要であるものと考えられる。

【0041】また、このpHが7以下の範囲、すなわちめっき液を酸性にした場合には、めっき液に基板を浸してただけでは、めっき膜の成長は見られていない。すなわち、無電解めっきに用いられる強い還元剤であるジメチルアミンボランを添加しても、無電解めっき反応は進行していない事がわかった。したがって、酸性のめっき液中では、電気めっきによってのみめっき膜が成長するので、めっき膜厚は通電した電気量によって精密に制御することができることが明らかである。

【0042】また、めっき膜の応力もジメチルアミンボランを添加することによって小さくなり、ジメチルアミンボランを添加することによって0.5ミクロン以上のめっき膜でも剥離することがなくなり、まためっき表面が光沢を保つことができることがわかった。このように、厚いめっき膜を形成でき、まためっき膜表面の光沢を保つことができるのは、薄膜磁気ヘッドを製造する場合について工業的に有用な効果がある。

【0043】また、ジメチルアミンボランを添加剤として適用した場合にも、めっき膜中にはCoとFeの金属膜だけでなく、少量のBが析出している。本実施例の場合には、分析の結果、約1at%のBがCoFe膜中に共析していることがわかった。このようにめっき膜中に共析するBの濃度は0.1at%から5at%程度の範囲であり、好ましくは0.1at%から2at%程度である。

【0044】以上の2つの実施例では、めっき膜の主成分としてCoとFeの合金について記載したが、金属元素としてCoとFeのみでなく、少量のNiを含んでも本発明のホウ素系還元剤をめっき液中に含有することで、同様に飽和磁束密度を高くし、また保磁力を小さくできる性質がある。また、金属元素として、非磁性元素をめっき液中に添加することも可能である。たとえば、タングステン、モリブデン、クロムなどの金属イオンを添加することで、めっき膜中にこれらの金属元素を共析することが出来る。このように、他の金属元素を共析することによって、めっき膜の耐食性を向上したり、硬度を変化させたりすることができる。

【0045】これらの実施例に示すめっき液の組成としては、金属イオンを供給する塩について、硫酸コバルト、硫酸鉄(II)という硫酸塩を採用したが、一般的にはそのほか塩化物、スルファミン酸塩、酢酸塩、硝酸塩などの水溶性の塩を使用することができる。また、めっき液中には界面活性剤、pH緩衝剤、応力緩和剤、光沢剤、あるいは錯化剤等の添加剤を加えることも可能である。しかしながら、このような添加剤を加えることによりめっき膜組成が変化したり、めっき膜中への共析が起こり、磁気特性他の膜特性が変化する場合があるので注意が必要である。

【0046】また、めっき液のpHに関しては、無電解めっき反応を抑制するため、pHが7以下の酸性とすることが必要である。しかし、pHが2以下の強酸性ではめっき効率が低下してしまい、めっき膜の成長が進まなくなる現象が見られる。従って、pHの範囲としては2から7の範囲が望ましい。

【0047】また、めっき膜を形成するときの電流密度に関しては、1mA/cm<sup>2</sup> から100mA/cm<sup>2</sup> でのめっきは可能であるが、めっき膜厚やめっき膜組成の制御などの点から、5から30mA/cm<sup>2</sup> の範囲がより好ましい。

【0048】めっき液温度は、以上の実施例ではほぼ室温を中心に実験したが、温度が安定する範囲で、ホウ素系還元剤が安定な範囲、あるいは2価鉄イオンが酸化されにくい温度範囲を適用することが望ましく、0℃から50℃の範囲で使用することが好ましい。

【0049】めっき膜に一軸異方性を付与し、異方性磁界の大きさを制御するためには、従来より適用されているように、一方向磁界中でのめっき法を採用したり、直

交磁界中でのめっき法を採用することが出来る。

【0050】また、めっきした磁性膜については、めっき後の熱処理を加えることによって、磁気特性の安定化を図ることができる。この熱処理については、デバイスを作成する工程で加えることも可能である。

【0051】以上の実施例においては回転ディスク電極装置を用いた実験結果を示したが、実際に工業的にめっき膜を作成する場合には、定常的にめっき液に攪拌を加えながらめっきすることが望ましい。攪拌の方法としては本検討に示した回転ディスク方式のほか、基板を揺動する方式、基板にめっき液を吹き付ける方式、基板表面近くをバドルで攪拌する方式などが考えられ、どのような方法も適用できるが、実用的には薄膜磁気ヘッドの製造で用いられているバドル攪拌方式のめっき装置を用いることが好ましい。もちろん攪拌方式を変えた場合について、めっき膜の形成については、条件を多少調整することで、本発明の磁性膜の作成方法を適用することができる。

【0052】以上示したように、CoとFeを主成分とした磁性膜をめっき液中にホウ素系還元剤のトリメチルアミンボランあるいはジメチルアミンボランを含有するめっき液を用いて電気めっき法によって形成した場合に、ホウ素系還元剤を添加しない場合に対して高飽和磁束密度且つ保磁力が小さいCoFeを主成分とするめっき磁性膜を作成することができた。

【0053】この磁性膜の組成としては、主成分のCoとFeの濃度が、30at% ≤ Fe ≤ 95at%、5at% ≤ Co ≤ 70at%の範囲であり、且つ、主成分のCoとFe以外にBを含有し、その濃度が、0.1at% ≤ B ≤ 5at%の範囲である。また、この磁性膜は、飽和磁束密度が2.0T以上、特に2.1T以上とすることができ、また保磁力は通常200e以下とすることが出来る。

【0054】この磁性膜を磁気コアとして用いることによって、薄膜磁気ヘッドを構成することが可能であり、また、この薄膜磁気ヘッドを採用した磁気ディスク装置を構成することが可能である。また薄膜磁気ヘッド以外にも磁性膜を用いる電子デバイス、たとえば薄膜トランス、薄膜インダクタなどへの応用も可能である。

【0055】

【発明の効果】本発明によれば、CoFeめっき磁性膜を安定に形成できると共に高飽和磁束密度と低保磁力を実現できるという効果がある。

【図面の簡単な説明】

【図1】 めっき液中のトリメチルアミンボラン濃度とめっき膜の飽和磁束密度の関係を示す図。

【図2】 めっき液中のトリメチルアミンボラン濃度とめっき膜の保磁力の関係を示す図。

【図3】 めっき液中のトリメチルアミンボラン濃度とめっき膜中のFe濃度の関係を示す図。

11

【図4】 めっき液のpHとめっき膜の飽和磁束密度を示す図。

【図5】 めっき液のpHとめっき膜の保磁力を示す図。

【図6】 めっき液中のジメチルアミンボラン濃度とめっき膜の飽和磁束密度の関係を示す図。

【図7】 めっき液中のジメチルアミンボラン濃度とめ

12

\* めっき膜の保磁力の関係を示す図。

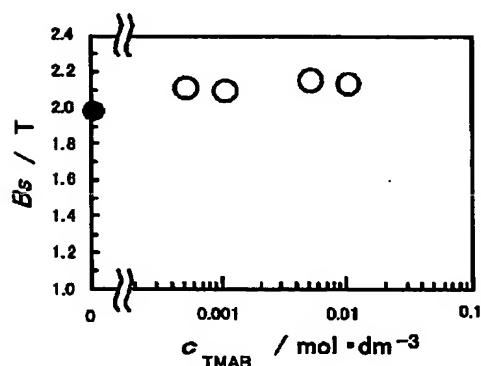
【図8】 めっき液中のジメチルアミンボラン濃度とめっき膜中のFe濃度の関係を示す図。

【図9】 めっき液のpHとめっき膜の飽和磁束密度を示す図。

【図10】 めっき液のpHとめっき膜の保磁力を示す図。

【図1】

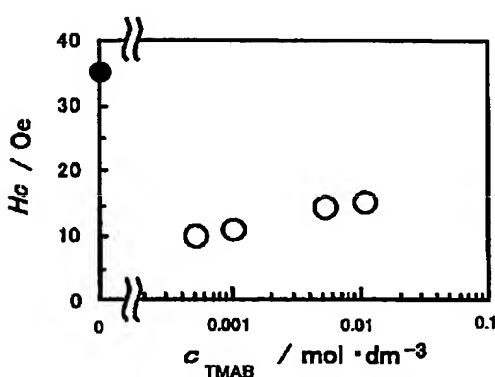
【図1】



トリメチルアミンボラン濃度  $c_{\text{TMAB}}$  とめっき膜の飽和磁束密度  $B_s$  の関係  
(電流密度  $20 \text{ mA/cm}^2$ , pH=5.0)

【図2】

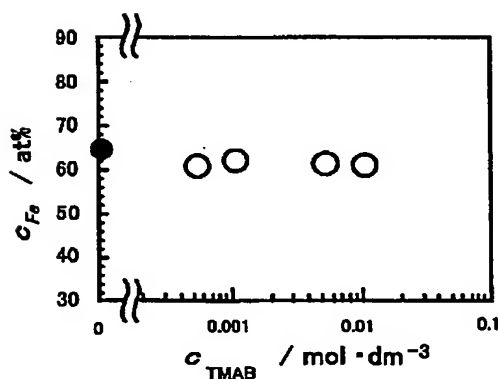
【図2】



トリメチルアミンボラン濃度  $c_{\text{TMAB}}$  とめっき膜の保磁力  $H_c$  の関係  
(電流密度  $20 \text{ mA/cm}^2$ , pH=5.0)

【図3】

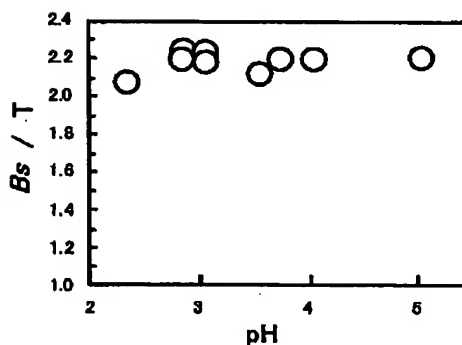
【図3】



トリメチルアミンボラン濃度  $c_{\text{TMAB}}$  とめっき膜中のFe組成  $c_{\text{Fe}}$  の関係  
(電流密度  $20 \text{ mA/cm}^2$ , pH=5.0)

【図4】

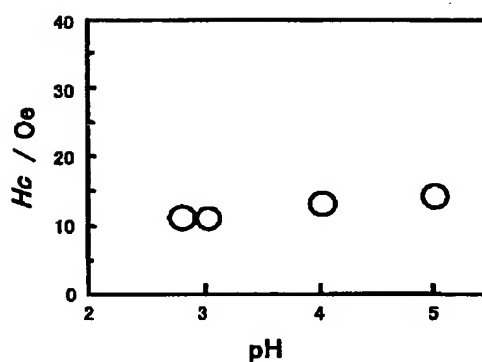
【図4】



めっき液のpHとめっき膜の飽和磁束密度  $B_s$  の関係  
(電流密度  $20 \text{ mA/cm}^2$ , TMAB濃度  $0.005 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ )

【図5】

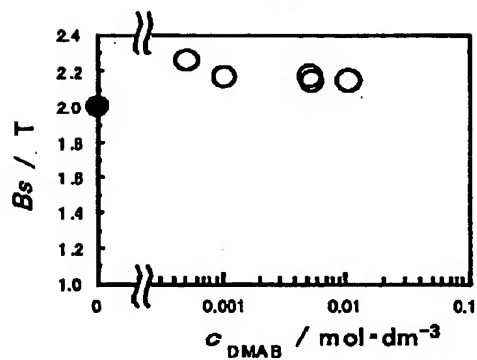
【図5】



めっき液の pH とめっき膜の保磁力  $H_c$  の関係  
 \*) (電流密度  $20\text{mA}/\text{cm}^2$  , TMAH 濃度  $0.005\text{ mol}\cdot\text{dm}^{-3}$ )

【図6】

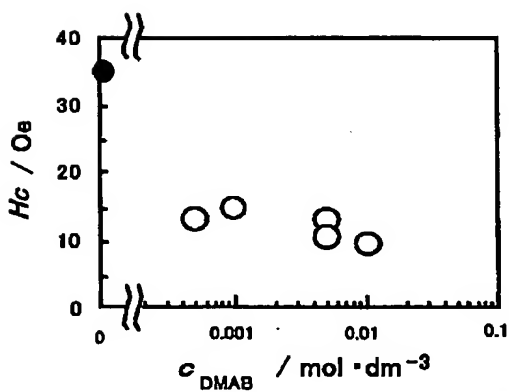
【図6】



ジメチルアミンボラン濃度  $c_{\text{DMAH}}$  とめっき膜の飽和磁束密度  $B_s$  の関係  
 (電流密度  $20\text{mA}/\text{cm}^2$  , pH=2.8)

【図7】

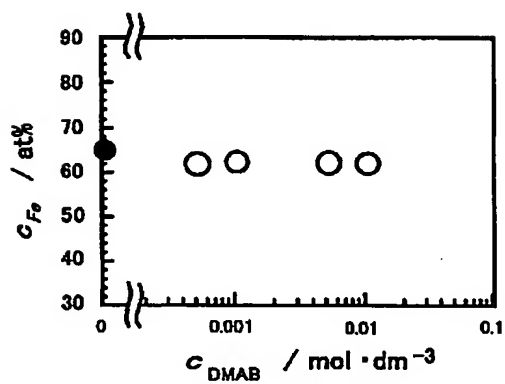
【図7】



ジメチルアミンボラン濃度  $c_{\text{DMAH}}$  とめっき膜の保磁力  $H_c$  の関係  
 (電流密度  $20\text{mA}/\text{cm}^2$  , pH=2.8)

【図8】

【図8】

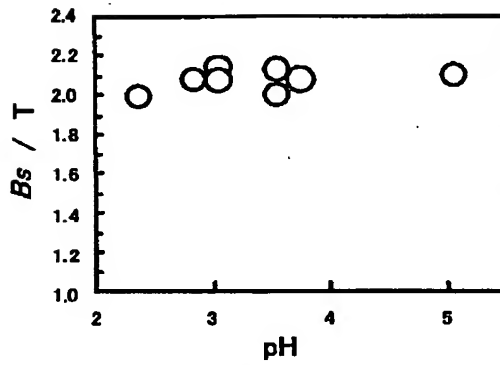


ジメチルアミンボラン濃度  $c_{\text{DMAH}}$  とめっき膜中の Fe 組成  $c_{\text{Fe}}$  の関係  
 (電流密度  $20\text{mA}/\text{cm}^2$  , pH=2.8)



【図9】

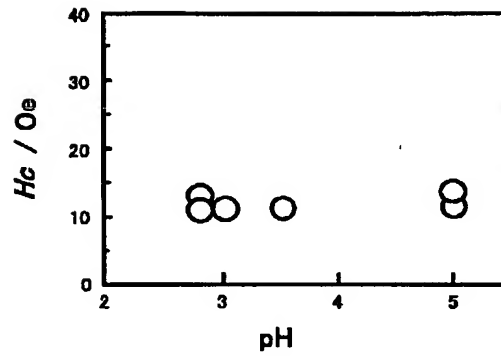
【図9】



めっき液のpHとめっき膜の飽和磁束密度Bsの関係  
(電流密度 20mA/cm<sup>2</sup>, DMA B 0.005 mol·dm<sup>-3</sup>)

【図10】

【図10】



めっき液のpHとめっき膜の保磁力Hcの関係  
(電流密度 20mA/cm<sup>2</sup>, DMA B 0.005 mol·dm<sup>-3</sup>)

フロントページの続き

(72)発明者 横島 時彦  
東京都新宿区大久保3丁目4番1号 学校  
法人早稲田大学理工学部内  
(72)発明者 森尻 誠  
神奈川県小田原市国府津2880番地 株式会  
社日立製作所ストレージ事業部内

Fターム(参考) 4K023 AB12 AB13 BA06 CA09 CB11  
DA07 DA08  
4K024 AA15 AB01 BB14 CA01 CA02  
CA03 CA04 CA06  
5E049 AA01 AA04 AA09 BA12 GC01  
LC01